

OPTIMASI SUHU KALSINASI TERHADAP SINTESIS NANOSTRUKTUR ZnO SEBAGAI FOTOKATALIS DENGAN MEMANFAATKAN BUAH NANAS SEBAGAI PENGKELAT

OPTIMIZATION OF CALSINATION TEMPERATURE TO SYNTHESIS ZnO NANOSTRUCTURE AS PHOTOCATALISTS USING PINEAPPLE AS CHELATING AGENT

Anisa Nur Rezky¹, Dr. Abrar, S.Si.,M.Sc², Dr. Eng. Indra Wahyudin Fathonah, S.Si., M.Si.³

^{1,2,3}Program Studi Teknik Fisika, Fakultas Teknik Elektro, ³ Universitas Telkom

¹anisanur.rezky@gmail.com²abrarselah@gmail.com³indrafathonah@gmail.com

Abstrak

ZnO telah disintesis dengan metode sol-gel menggunakan pengkelat dari ekstrak buah nanas sebagai solusi agar dapat mengurangi penggunaan zat kimia. Buah nanas yang digunakan yaitu nanas madu dan nanas batu yang memiliki kandungan kadar gula total berbeda. Pada nanostruktur ZnO yang menggunakan pengkelat nanas madu disintesis pada suhu kalsinasi 500, 600, 700, 800, dan 900°C. Nanostruktur ZnO yang menggunakan pengkelat nanas batu berhasil disintesis pada suhu kalsinasi 700 dan 800°C. Dalam eksperimen ini dipelajari efek suhu kalsinasi terhadap hasil nanostruktur ZnO serta pengaruhnya saat diaplikasikan sebagai fotokatalis untuk mendegradasi methylene blue. Hasil karakterisasi morfologi dengan SEM sampel menggunakan pengkelat nanas madu di suhu kalsinasi 800°C diketahui bahwa ukuran partikel berada pada rentang 0,540 – 3,614 µm dengan rata-rata 1,858 µm, hasil yang masih besar diperkirakan terjadi karena adanya aglomerasi. Karakterisasi terhadap sifat kristal dengan menggunakan XRD di dapatkan ukuran kristal pada sampel menggunakan pengkelat nanas madu di suhu kalsinasi 800°C dengan rata-rata 35,10 nm sementara pengkelat nanas madu di suhu kalsinasi 700°C, ukuran kristalit yaitu dengan rata-rata 30.90 nm. Kedua sampel yang dikarakterisasi sifat kristalnya dengan menggunakan XRD memiliki struktur kristal wurtzite berbentuk heksagonal yang berukuran $a = 3,25 \times 10^{-10}$ m dan $c = 5,21 \times 10^{-10}$ m.

Kata kunci : ZnO, *green synthesis*, metode sol-gel, degradasi metilen biru, suhu kalsinasi

Abstract

ZnO has been synthesized by the sol-gel method with chelate from pineapple (*Ananas comosus* (L.)) extract, as a solution to reduce the chemical substances. Pineapple extract is used as a chelate because it has high total sugar content. ZnO nanostructure that has been synthesized with *cayenne* pineapple chelate was synthesized at calcination temperatures of 500, 600, 700, 800 and 900 °C, whereas ZnO nanostructure that has been synthesized with *queen* pineapple chelate was synthesized at calcination temperatures of 700 and 800 °C. The morphology of ZnO nanostructure has been checked by Scanning Electron Microscopy (SEM). ZnO nanostructure that has been synthesized with *cayenne* pineapple chelate at calcination temperature of 800 °C showed particle size average of 1,858 µm, these result was still too large and occurred due to agglomeration. The crystallite structure of calcined powders were analyzed using XRD. The average size of zno nanostructure crystallite was synthesized with *cayenne* pineapple chelate at 800 °C calcination temperature, which was 35,10 nm while at calcination temperature 700 °C the average size of crystallite was 30.90 nm. The diffraction peaks can be indexed as hexagonal wurtzite structure of ZnO ($a = 3,25 \times 10^{-10}$ m, $c = 5,21 \times 10^{-10}$ m) and diffraction data were in good agreement with the JCPDS card for ZnO (JCPDS 36-1451). The photocatalytic activity of ZnO catalysts obtained by modified sol-gel method at different calcination was valuated for the photo degradation of methylene blue under UV light. The most effective degradation occurred in Zno nanostructure which was synthesized with *cayenne* pineapple as chelate at 700 °C calcination temperature during UV irradiation for 240 minutes, the degradation rate was 55,87% at a concentration of 10 ppm MB solution.

Keywords: ZnO, *green synthesis*, sol-gel method, degradation of methylene blue, calcination temperature

1. Pendahuluan

Penelitian sebelumnya umumnya masih menggunakan zat kimia dalam setiap proses sintesis ZnO yang dilakukan. Sebagai solusi untuk mengurangi zat kimia yang digunakan maka, penelitian ini menggunakan bahan pengkelat alami dalam proses sintesisnya atau biasa disebut dengan *green syntythesis*. Febiola Magdalena telah melakukan penelitian mengenai metode *green synthesis* dengan ekstrak buah nanas (*Ananas comosus*) sebagai pengkelatnya, namun hanya dengan satu jenis nanas dan belum dilakukan optimasi suhu kalsinasi. Maka dari itu, pada penelitian ini akan dilakukan optimasi suhu kalsinasi serta digunakan pengkelat dengan jenis nanas yang berbeda, antara lain nanas madu dan nanas batu agar dapat dibandingkan bagaimana hasil sintesis nanostruktur ZnO nya. Dalam penelitian ini akan mempelajari bagaimana efek suhu kalsinasi terhadap hasil

nanostruktur ZnO. Diharapkan setelah mempelajari efek dari suhu saat proses kalsinasi, maka dapat didapatkan nanostruktur ZnO yang lebih optimum sehingga proses pendegradasian yang terjadi pun bisa lebih

2. Dasar Teori

Nanoteknologi merupakan ilmu pengetahuan dan teknologi dalam skala nanometer yang dihasilkan melalui pemanfaatan sifat-sifat molekul atau struktur atom. Saat ini nanostruktur menjadi pilihan penelitian yang banyak dilakukan, karena keunikannya dalam ukuran dan kemudahan untuk bereaksi dengan bahan lain. ZnO merupakan suatu bahan yang terkandung dari alam yang dihasilkan dari bahan alam berupa Zn (seng) yang dapat bertahan terhadap serangan udara dan air pada suhu ruang dan jika ditempatkan pada suhu tinggi logam ini dapat bereaksi dengan oksigen di udara lalu menghasilkan oksida dalam bentuk ZnO.



Selain itu ZnO memiliki aktifitas katalis yang tinggi karena ZnO merupakan material yang digolongkan sebagai semikonduktor golongan II-IV dengan bandgap sebesar 3,37 eV pada suhu kamar dan merupakan semikonduktor tipe-n.

Metode sol-gel merupakan salah satu cara untuk menghasilkan partikel dengan ukuran nanometer dan termasuk ke dalam metode wet chemical, sehingga dibutuhkan pelarut sebagai media untuk mengubah ukuran partikelnya. Pada prosesnya larutan akan berubah menjadi sol atau koloid yang memiliki padatan tersuspensi dalam larutannya, setelah itu sol akan berubah menjadi gel atau koloid tetapi memiliki fraksi solid yang lebih besar daripada sol. Pada proses sol-gel diperlukan adanya pengkelat atau chelating agent. Pengkelat ini berfungsi untuk menjaga agar hasil nanostruktur tidak terjadi aglomerasi. Pengkelat akan digunakan untuk membentuk ion kompleks dimana pembentukan kompleks sitrat diyakini menyeimbangkan perbedaan dalam perilaku individu ion dalam larutan, yang menghasilkan distribusi ion yang lebih baik. Dengan menggunakan pasangan elektron ion kompleks, maka elektron akan mengikat ion-ion logam untuk membentuk molekul kompleks yang lebih stabil.

Pengkelat dalam sintesis sol gel akan bekerja secara kompleks dengan partikel logam untuk meningkatkan jarak pemisahan antara pusat-pusat logam yang dapat menghambat hubungan antarpartikel. Pengkelat yang digunakan pada umumnya adalah bahan yang memiliki kadar karbohidrat, asam-asam lemah seperti asam sitrat dan asam oksalat. Agar dapat mengurangi penggunaan bahan kimia dalam fungsinya sebagai pengkelat saat sintesis nanostruktur, maka pengkelat yang akan digunakan menggunakan bahan yang berasal dari alam, salah satu bahan yang mampu dijadikan pengkelat yaitu bahan dengan kadar asam sitrat yang tinggi. Bahan yang akan digunakan ialah buah nanas (*Ananas comosus*) [1].

3. Metoda Penelitian

3.1 Proses Sintesis Nanostruktur ZnO

3.1.1 Pembuatan Ekstrak Nanas

Ekstrak nanas diperlukan dalam proses sintesis sebagai bahan pengkelat, fungsi dari pengkelat ialah untuk mencegah terjadinya aglomerasi saat proses sintesis nanostruktur. Pemilihan buah nanas sebagai pengkelat karena kandungan asam sitrat dalam buah nanas sebesar 78% dan kandungan kadar gula total yang tinggi. Proses pembuatan ekstrak nanas dapat dilakukan dengan menggunakan buah nanas yang telah dikupas dan dibersihkan, setelah itu buah nanas dihaluskan dengan menggunakan blender. Setelah buah nanas berubah menjadi cairan, lalu disaring dengan menggunakan kertas whatman no.1 untuk memisahkan ampas dari ekstrak buah nanas. Maka hasil yang akan didapatkan ialah ekstrak buah nanas dalam fasa cair dan berwarna kuning.

3.1.2 Pembuatan Sintesis Nanostruktur

Proses pembuatan nanostruktur menggunakan kandungan ekstrak nanas yang digunakan sebagai pengkelat. Dalam proses pembuatan nanostruktur langkah pertama yang dilakukan ialah mencampurkan 20 gr ZnO dengan 100 ml HCl ke dalam beaker glass ukuran 500 ml. Setelah tercampur, selanjutnya dipanaskan campuran ZnO dan HCl menggunakan hotplate magnetic stirrer dengan suhu 90°C dan kecepatan 200 rpm selama 5 menit. Lalu bahan pengkelat digunakan sebanyak 210 ml ekstrak nanas dicampurkan ke dalam larutan ZnO dan HCl, setelah itu dipanaskan kembali dengan suhu 90°C sampai larutan menjadi homogen.

Percobaan kali ini, akan dibuat tujuh kali sintesis nanostruktur ZnO dengan suhu kalsinasi yang berbeda-beda yaitu dengan menggunakan pengkelat nanas madu, dikalsinasi pada suhu 500, 600, 700, 800, dan 900 °C [10]. Sementara dengan menggunakan pengkelat nanas batu, dikalsinasi pada suhu 700 dan 800 °C. Sebelum dilakukan kalsinasi terhadap sampel yang disintesis terlebih dahulu larutan yang telah homogen, dipanaskan menggunakan furnace dengan suhu 120 °C selama 3 jam, 200 °C selama 5 jam, 400 °C selama 2,5 jam dan dikalsinasi pada suhu yang telah ditentukan selama 5 jam [2].

3.2 Karakterisasi Nanopartikel ZnO

Setelah nanostruktur terbentuk maka dilakukan karakterisasi untuk mengukur ukuran dan morfologi nanostruktur ZnO digunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) dan untuk mengetahui struktur kristal dari nanostruktur ZnO digunakan X-ray Diffraction (XRD).

3.3 Aplikasi Nanostruktur ZnO Sebagai Fotokatalis

3.3.1 Pembuatan Larutan Metil Biru (MB)

Larutan metilen biru yang dipakai memiliki tiga konsentrasi yang berbeda yaitu 10, 12, dan 15 ppm. Pembuatan larutan metilen biru dimulai dengan menyiapkan 500 ml aquades untuk setiap konsentrasi. Pembuatan larutan metilen biru dengan konsentrasi 10 ppm dilakukan dengan mencampurkan 500 ml aquades dan 0.005 g serbuk metilen biru, sedangkan untuk konsentrasi 12 ppm digunakan 0.006 g serbuk metilen biru, dan untuk konsentrasi 15 ppm digunakan 0.0075 g serbuk metilen biru. Pembuatan setiap konsentrasi dilakukan pada beaker glass yang terpisah.

3.3.2 Aplikasi Nanostruktur ZnO sebagai Fotokatalis

Pengaplikasian dari nanostruktur ZnO yaitu untuk mendegradasi kandungan polutan yang ada di lingkungan, seperti limbah tekstil yang mencemari air sungai yang dimodelkan oleh larutan metil biru. Proses degradasi dipengaruhi oleh konsentrasi metil biru, konsentrasi nanostruktur ZnO, dan lama proses penyinaran dengan sinar UV. Pada penelitian ini digunakan tiga konsentrasi metilen biru yaitu 10, 12, dan 15 ppm. Pendegradasian metilen biru dilakukan dengan menyiapkan 20 ml metilen biru ke dalam dua buah beaker glass 50 ml, salah satu beaker glass yang berisi metilen biru di campur dengan 100 mg nanostruktur ZnO. Selanjutnya kedua beaker glass dimasukkan ke dalam tempat penyinaran berwarna hitam. Selama proses penyinaran kedua larutan metilen biru harus diaduk menggunakan hotplate magnetic stirrer agar nanostruktur ZnO tidak mengendap. Setelah disinari kedua larutan metilen biru dimasukkan ke dalam centrifuge, lalu diendapkan selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm.

4. Pembahasan dan Analisis

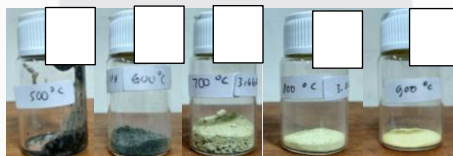
4.1 Proses Sintesis Nanostruktur

Proses sintesis nanostruktur ZnO dilakukan dengan metode sol gel menggunakan buah nenas sebagai pengkelat. Pemilihan buah nenas sebagai pengkelat karena memiliki kandungan kadar gula total yang tinggi. Dengan tingginya kandungan kadar gula total yang terdapat pada nenas maka dapat efektif digunakan sebagai pengkelat dimana fungsi pengkelat antara lain untuk mencegah terjadinya aglomerasi. Tabel 4.1 di bawah ini menunjukkan hasil uji laboratorium terhadap kadar gula total pada nenas madu dan nenas batu.

Tabel 4.1 Hasil Uji Persentase Kadar Gula Total pada Nanas Batu dan Nanas Madu.

Sampel	% Kadar Gula Total (%)		Rata-rata
Nanas Batu	Pengulangan I	40.82	41.305
	Pengulangan II	41.79	
Nanas Madu	Pengulangan I	52.93	54.295
	Pengulangan II	55.66	

Pada sintesis nanostruktur ZnO yang menggunakan pengkelat nenas madu dipilih pembuatan sampel pada suhu kalsinasi 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C dan 900 °C sementara pada sintesis nanostruktur ZnO yang menggunakan pengkelat nenas batu dipilih pembuatan sampel pada suhu kalsinasi 700 °C dan 800 °C. Variasi suhu kalsinasi pada sintesis nanostruktur ZnO yang menggunakan pengkelat nenas madu lebih banyak antara lain 500, 600, 700, 800, dan 900 °C dibandingkan nenas batu karena kandungan kadar gula total nenas madu lebih tinggi. Diprediksi dengan kandungan kadar gula total yang lebih tinggi diharapkan dapat mengurangi terjadinya aglomerasi. Proses sintesis ini ditunjukkan pada Gambar 4.1 di bawah ini.



Gambar 4.1 Hasil sintesis nanostruktur ZnO pada variasi suhu kalsinasi. a) nenas madu pada suhu 500° C, b) nenas madu pada suhu 600° C, c) nenas madu pada suhu 700° C, d) nenas madu pada suhu 800° C, e) nenas madu pada suhu 900° C.

Berdasarkan hasil sintesis nanostruktur ZnO dengan sampel yang menggunakan nenas madu pada suhu 500 °C masih dalam bentuk gel sementara pada suhu 600 °C belum maksimum terbentuk powder. Di samping itu menurut Kumar pada suhu 900 °C tidak berhasil, maka dalam penelitian selanjutnya suhu kalsinasi yang

digunakan ialah suhu 700 °C dan 800 °C pada sintesis nanostruktur ZnO dengan nanas batu. Gambar 4.2 (a) di bawah ini memperlihatkan hasil dari sintesis nanostruktur ZnO dengan sampel yang menggunakan nanas batu sebagai pengkelat pada suhu 700 °C dan Gambar 4.2 (b) di bawah ini memperlihatkan hasil dari sintesis nanostruktur ZnO dengan sampel yang menggunakan nanas batu sebagai pengkelat pada suhu 800 °C. Berdasarkan Gambar 4.2 (a) dan (b) di bawah ini dapat dilihat bahwa telah terbentuk butiran kering dan sampel yang dikalsinasi pada suhu 800 °C berwarna lebih cerah dari sampel pada suhu 700 °C serta bertekstur lebih halus.



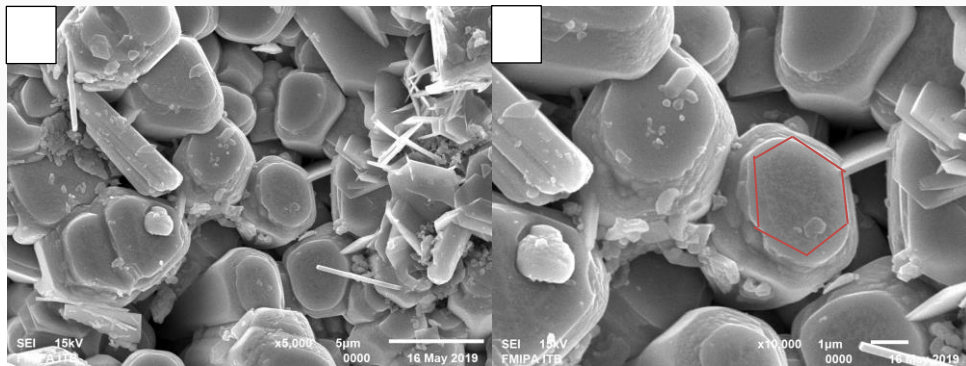
Gambar 4.2 Hasil sintesis nanostruktur ZnO. a) nanas batu dikalsinasi pada suhu 700° C, b) nanas batu dikalsinasi pada suhu 800°C.

Massa nanostruktur ZnO yang telah disintesis dan ditimbang dapat dilihat pada Gambar 4.3 di bawah ini. ZnO yang disintesis dengan nanas batu pada suhu 700 °C menghasilkan nanostruktur ZnO sebanyak 3.006 gram dan pada suhu 800 °C menghasilkan nanostruktur ZnO sebanyak 2.396 gram. Sementara dengan nanas madu pada suhu 700 °C menghasilkan nanostruktur ZnO sebanyak 3.668 gram, pada suhu 800 °C menghasilkan nanostruktur ZnO sebanyak 3.062 gram, dan pada suhu 900 °C menghasilkan nanostruktur ZnO sebanyak 2.100 gram.

4.2 Karakterisasi Nanostruktur ZnO

4.2.1 Karakterisasi Morfologi dengan *Scanning Electron Microscopy*

Morfologi permukaan dari hasil sintesis nanostruktur ZnO dapat dilihat dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Sampel yang digunakan untuk dilihat morfologinya ialah sampel nanostruktur ZnO yang disintesis menggunakan nanas madu sebagai pengkelat dan dikalsinasi pada suhu 800 °C. Sampel yang dipilih untuk dilihat morfologinya ialah sampel nanostruktur ZnO yang disintesis dengan pengkelat nanas madu. Pemilihan ini berdasarkan hasil uji laboratorium pada Tabel 4.1 yang menyatakan bahwa kandungan kadar gula total nanas madu lebih tinggi dibandingkan nanas batu. Kemudian dipilih nanostruktur ZnO yang dikalsinasi pada suhu 800 °C atas pertimbangan tampilan kondisi fisik yang terlihat. Nanostruktur ZnO yang dikalsinasi pada suhu 800 °C berwarna lebih cerah dan memiliki tekstur lebih halus dari sampel lainnya. Tampilan kondisi tersebut sebagai acuan bahwa dari perubahan warna yang terjadi memungkinkan bahwa ukuran partikel telah berukuran nanometer [36] dan merupakan salah satu dari sekian sampel yang layak untuk diketahui morfologinya. Untuk hasil karakterisasi morfologi dengan SEM dari sampel nanostruktur ZnO yang disintesis menggunakan nanas madu sebagai pengkelat dan dikalsinasi pada suhu 800 °C dapat dilihat pada Gambar 4.4 di bawah ini.

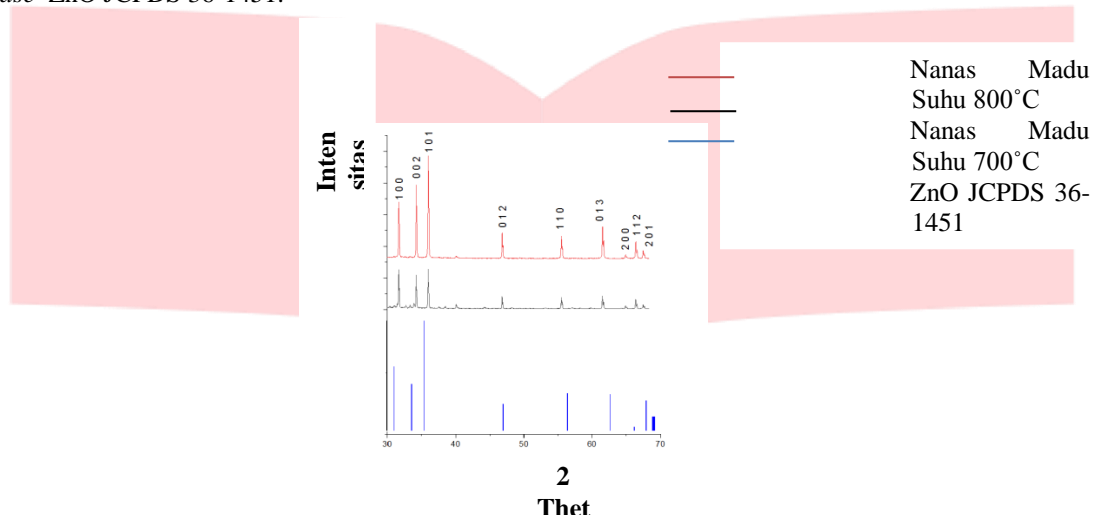


Gambar 4.4 Hasil karakterisasi morfologi dengan SEM sampel nanas madu kalsinasi 800°C (1) berbentuk seperti heksagonal. a) Perbesaran 5000 kali, b) Perbesaran 10.000 kali.

Berdasarkan Gambar 4.4 di atas, dapat dilihat bahwa nanostruktur ZnO berbentuk heksagonal. Untuk mengetahui ukuran diameter partikel maka digunakan *software* ImageJ. Dengan *software* ImageJ dapat diketahui bahwa ukuran partikel pada sampel di atas berada pada rentang 0.540-3.614 µm dengan rata-rata ukuran partikel sebesar 1.858 µm. Ukuran partikel yang terbentuk masih sangat besar, diperkirakan terjadi karena adanya aglomerasi

4.2.2 Karakterisasi Sifat Kristal dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi sifat kristal dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran kristalit. Karakterisasi yang dilakukan ialah pada sampel nanostruktur ZnO yang disintesis dengan menggunakan pengkelat nanas madu pada suhu kalsinasi 700 °C dan 800 °C. Pemilihan bahwa sampel yang digunakan ialah sampel yang telah diuji dengan menggunakan SEM, sehingga dapat diketahui hubungan sifat kristal terhadap sampel yang diuji dengan SEM. Karakterisasi dengan menggunakan XRD dilakukan di Laboratorium pengujian tekMIRA Bandung. Gambar 4.6 di bawah ini merupakan hasil grafik spektrum XRD berdasarkan pengolahan data menggunakan *software* XRD MATCH! dan mengacu pada *database* ZnO JCPDS 36-1451.



Gambar 4.6 Hasil Karakterisasi Nanostruktur ZnO menggunakan XRD. a) Sampel nanostruktur ZnO disintesis menggunakan pengkelat nanas madu pada suhu 700 °C, b) Sampel nanostruktur ZnO disintesis menggunakan pengkelat nanas madu pada suhu 800 °C.

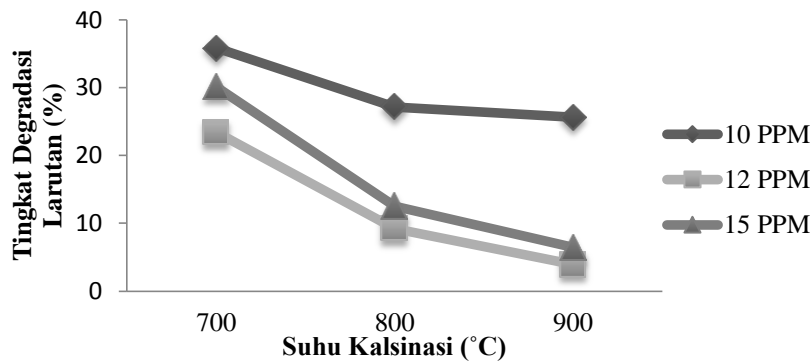
Berdasarkan Gambar 4.6 di atas dapat dilihat bahwa spektrum yang terbentuk memiliki *peak* yang sempit, tinggi, dan tajam. Hal ini menandakan bahwa telah terbentuk kristal dan nanostruktur ZnO yang diuji memiliki sifat kristalinitas yang tinggi. Pada nanostruktur ZnO yang disintesis dengan pengkelat nanas madu pada suhu kalsinasi 700 °C, dapat dilihat puncak tertinggi berada pada titik: 31.77°, 34.38°, 36.28°, 47.56°, 56.63°, dan 62.91°. Sementara nanostruktur ZnO yang disintesis dengan pengkelat nanas madu pada suhu kalsinasi 800 °C, dapat dilihat puncak tertinggi berada pada titik: 31.79°, 34.47°, 36.29°, 47.57°, 56.60°, 62.94°.

Kedua sampel yang dikarakterisasi sifat kristalnya dengan menggunakan XRD memiliki struktur kristal *wurtzite* berbentuk heksagonal yang berukuran, $a = 3.25 \times 10^{-10}$ m dan $c = 5.21 \times 10^{-10}$ m. Sementara perhitungan menggunakan rumus *Scherrer* yang terdapat pada Persamaan 2.1, didapatkan ukuran kristalit pada nanostruktur ZnO yang disintesis dengan pengkelat nanas madu dengan suhu kalsinasi 700 °C didapatkan rata-rata ukuran kristalit sebesar 30.90 nm. Sementara pada nanostruktur ZnO yang disintesis dengan pengkelat nanas madu dengan suhu kalsinasi 800 °C didapatkan rata-rata ukuran kristalit sebesar 35.10 nm. Berdasarkan perhitungan maka rata-rata ukuran nilai kristalit nanostruktur ZnO yang disintesis dengan menggunakan pengkelat nanas madu dengan suhu kalsinasi 700 °C lebih kecil dibandingkan nilai rata-rata ukuran kristalit pada nanostruktur ZnO yang disintesis dengan suhu kalsinasi 800 °C.

4.3 Aplikasi Sifat Fotokatalitik Nanostruktur ZnO

4.3.1 Pengaruh Sifat Fotokatalitik pada Variasi Suhu Kalsinasi dalam Proses Sintesis Nanostruktur ZnO

Pengujian sifat fotokatalitik yang pertama adalah pengujian dilakukan untuk mengetahui pada suhu kalsinasi berapakah sampel ZnO nanostruktur dapat bekerja paling optimum. Pengujian pertama dilakukan dengan sampel ZnO nanostruktur yang disintesis dengan variasi suhu kalsinasi 700 °C, 800 °C, dan 900 °C serta menggunakan jenis pengkelat nanas madu. Pada pengujian ini sampel nanostruktur ZnO sebanyak 100 mg diuji pada konsentrasi larutan MB yang berbeda-beda yaitu 10, 12, dan 15 ppm agar dapat diketahui pada variasi konsentrasi larutan MB yang seberapa degradasi paling efektif dapat terjadi. Setiap sampel ZnO nanostruktur pada pengujian pertama disinari dalam waktu penyinaran yang sama yaitu selama 150 menit. Pada Gambar 4.7 di bawah ini menunjukkan kinerja nanostruktur ZnO yang disintesis dengan menggunakan pengkelat nanas madu serta suhu kalsinasi yang berbeda-beda pada konsentrasi larutan MB yang berbeda-beda dan dalam satu waktu penyinaran yaitu selama 150 menit.

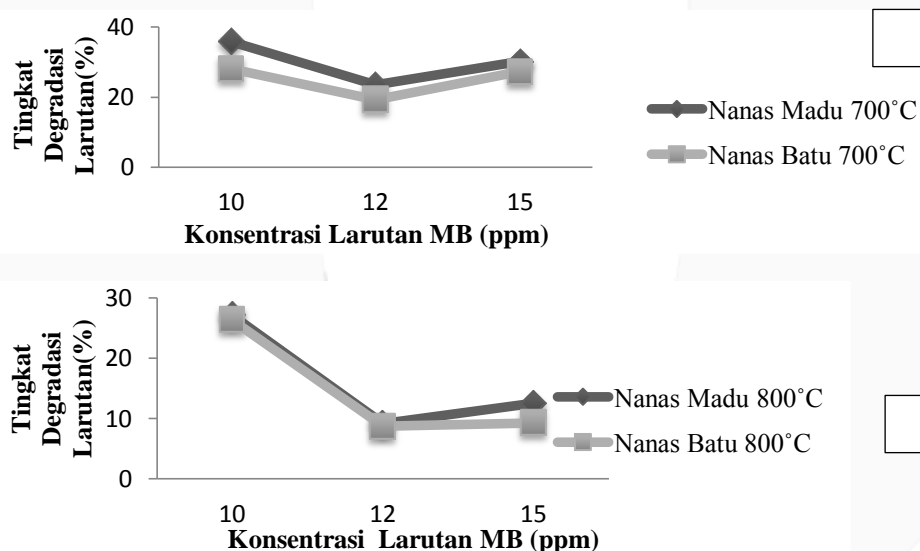


Gambar 4.7 Aplikasi fotokatalis nanostruktur ZnO dengan pengkelat nanas madu pada suhu kalsinasi 700°C, 800°C, dan 900°C menggunakan sampel sebanyak 100 mg dalam 150 menit waktu penyinaran

Berdasarkan Gambar 4.7 di atas terlihat bahwa, semakin tinggi suhu kalsinasi pada saat proses sintesis akan menghasilkan nanostruktur ZnO yang memiliki kemampuan dalam mendegradasi larutan MB yang semakin kecil. Apabila ukuran kristalit dari sampel semakin besar maka ukuran luas permukaan semakin kecil akibatnya kemampuan untuk mengikat MB semakin berkurang dan menghasilkan degradasi yang kecil. Hal ini bersesuaian dengan hasil XRD terhadap sampel nanas madu pada suhu 700 °C dan 800 °C dimana berdasarkan hasil tersebut ukuran kristalit pada suhu 700 °C lebih kecil dibandingkan suhu 800 °C. Sementara berdasarkan hasil degradasi larutan MB paling maksimum berada pada suhu 700 °C, yaitu mampu mendegradasi hingga 35,861% pada 10 PPM konsentrasi larutan MB. Dilihat pada konsentrasi 12 ppm dan 15 ppm, tingkat degradasi larutan paling baik juga berada pada sampel dengan suhu kalsinasi 700 °C.

4.3.2 Pengaruh Sifat Fotokatalitik pada Variasi Jenis Pengkelat antara Nanas Madu dan Nanas Batu dalam Proses Sintesis Nanostruktur ZnO

Pengujian selanjutnya dilakukan untuk mengetahui bagaimana pengaruh perbedaan jenis nanas sebagai pengkelat pada saat sintesis nanostruktur ZnO terhadap hasil degradasi konsentrasi larutan MB. Pada Gambar 4.8 di bawah ini menunjukkan perbandingan kinerja nanostruktur ZnO antara pengkelat yang menggunakan nanas madu dan nanas batu dengan konsentrasi larutan MB yang berbeda yaitu 10, 12 dan 15 ppm serta waktu penyinaran selama 150 menit dan suhu kalsinasi 700 °C dan 800 °C.



Gambar 4.8 Perbandingan terhadap aplikasi fotokatalis nanostruktur ZnO menggunakan sampel sebanyak 100 mg dalam 150 menit waktu penyinaran. a) pengkelat nanas madu dan nanas batu pada suhu kalsinasi 700 °C, b) pengkelat nanas madu dan nanas batu pada suhu kalsinasi 800 °C.

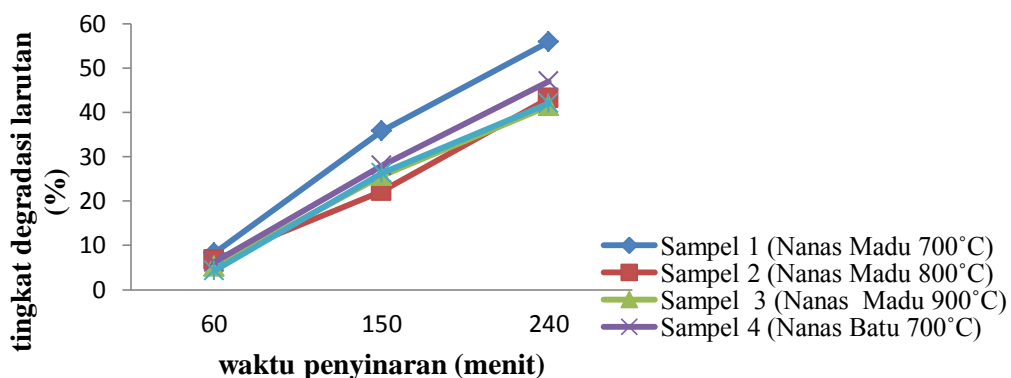
Berdasarkan Gambar 4.8 di atas menunjukkan bahwa sampel dengan pengkelat nanas madu mampu mendegradasi lebih baik dibandingkan sampel dengan menggunakan pengkelat nanas batu. Hal tersebut dipengaruhi oleh kandungan kadar gula total nanas madu yang lebih tinggi dibandingkan kandungan kadar gula total nanas batu. Pengkelat dengan kandungan kadar gula total yang lebih tinggi memungkinkan aglomerasi yang terjadi semakin sedikit, sehingga ukuran partikel yang didapatkan lebih kecil [38]. Dari kedua pengkelat

dengan jenis nanas yang berbeda yaitu nanas madu dan nanas batu dapat dilihat bahwa tingkat degradasi larutan MB paling tinggi yaitu pada sampel dengan kalsinasi suhu 700 °C dibandingkan suhu 800 °C. Selain itu, dari grafik dapat diketahui bahwa pada konsentrasi 12 ppm larutan MB tingkat degradasi sebesar 23.431%, dan pada konsentrasi 15 ppm larutan MB tingkat degradasi sebesar 30.150%. Kedua degradasi tersebut tidak lebih baik dari tingkat degradasi pada konsentrasi 10 ppm larutan MB yaitu sebesar 35.860%. Oleh karena itu pada pengujian selanjutnya konsentrasi larutan MB yang digunakan ialah pada konsentrasi 10 ppm.

4.3.3 Pengaruh Sifat Fotokatalitik pada Variasi Lama Waktu Penyinaran

Berikutnya dilakukan pengujian aplikasi fotokatalis nanostruktur ZnO dengan melakukan variasi terhadap lamanya waktu penyinaran. Pengujian ini bertujuan agar dapat membandingkan bagaimana nanostruktur ZnO ketika aktif menjadi katalis dalam waktu penyinaran UV yang berbeda-beda yaitu selama 60, 150, dan 240 menit terhadap hasil tingkat degradasi larutan MB. Pada pengujian ini degradasi dilakukan pada konsentrasi larutan MB sebesar 10 ppm dengan menambahkan sampel nanostruktur ZnO sebanyak 100 mg. Sampel yang digunakan antara lain nanostruktur ZnO yang disintesis dengan menggunakan pengkelat nanas madu pada suhu kalsinasi 700 °C, 800 °C, dan 900 °C serta nanas batu pada suhu kalsinasi 700 °C dan 800 °C.

Gambar 4.9 di bawah ini menunjukkan kinerja nanostruktur ZnO menggunakan pengkelat nanas madu yang dikalsinasi dengan suhu 700 °C, 800 °C, 900 °C dan nanas batu yang dikalsinasi dengan suhu 700 °C, 800 °C dilarutkan sebanyak 100 mg pada konsentrasi MB sebesar 10 ppm dengan variasi waktu penyinaran selama 60, 150, dan 240 menit.

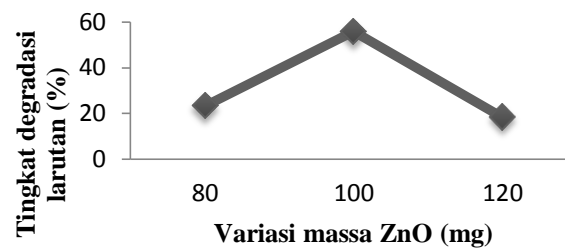


Gambar 4.9 Perbandingan kelima sampel terhadap variasi waktu penyinaran dalam 10 ppm konsentrasi larutan MB .

Berdasarkan Gambar 4.9 tingkat degradasi larutan paling tinggi ialah sampel nanas madu yang dikalsinasi pada suhu 700°C, dengan waktu penyinaran selama 240 menit menghasilkan konsentrasi MB yang terdegradasi sebesar 55.8704%, ditunjukkan pada Gambar 4.10 di bawah. Waktu penyinaran mempengaruhi banyaknya elektron yang berpindah dari pita valensi menuju pita konduksi. Semakin lama waktu penyinaran maka semakin banyak elektron yang berpindah dari pita valensi menuju pita konduksi, sehingga banyak superhidroksida terbentuk yang memiliki fungsi untuk

4.3.4 Pengaruh Sifat Fotokatalitik pada Variasi Massa Nanostruktur ZnO

Dilakukan pengujian untuk mengetahui variasi penambahan massa nanostruktur ZnO terhadap hasil degradasi larutan MB. Pengujian ini dilakukan dengan variasi penambahan massa nanostruktur ZnO sebanyak 80, 100, dan 120 mg pada 10 ppm larutan MB dalam waktu penyinaran selama 240 menit. Sampel yang digunakan ialah sampel nanostruktur ZnO yang menggunakan nanas madu dengan suhu kalsinasi 700 °C. Pemilihan sampel yang digunakan pada pengujian ini berdasarkan dari pengujian sebelumnya yaitu pada Gambar 4.9 di atas dapat dilihat bahwa sampel dengan hasil degradasi larutan MB paling optimum yaitu sampel nanostruktur ZnO menggunakan nanas madu sebagai pengkelat dengan suhu kalsinasi 700 °C. Grafik hasil pengaruh variasi massa terhadap degradasi larutan MB dapat dilihat pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Hasil Variasi Massa Nanostruktur ZnO Sampel 1 (Nanas Madu 700 °C).

Dari gambar 4.11 dapat dilihat bahwa larutan MB yang ditambahkan dengan nanostruktur ZnO dengan variasi yang berbeda akan memiliki hasil degradasi yang berbeda. Penambahan nanostruktur ZnO sebanyak 100 mg memiliki hasil degradasi yang lebih baik dibandingkan dengan penambahan nanostruktur sebanyak 80 mg dan 120 mg. Hal ini terjadi karena pada penambahan 80 mg, sampel yang ditambahkan belum cukup baik untuk mendegradasi larutan MB. Apabila nanostruktur ZnO ditambahkan dalam jumlah yang sedikit akan kurang optimum bekerja karena eksitasi elektron yang terjadi hanya sedikit dibandingkan jumlah larutan MB yang akan didegradasi. Begitu juga pada penambahan 120 mg, penambahan sampel yang terlalu banyak akan mengakibatkan penyinaran tidak optimum. Hal ini dikarenakan jumlah nanostruktur ZnO yang terlalu banyak akan saling tumpang tindih dan menyebabkan sebagian sampel nanostruktur ZnO akan tertutupi pada waktu penyinaran berlangsung sehingga menyebabkan terjadinya kejenuhan. Oleh karena itu tidak banyak superhidroksida yang terbentuk, dimana superhidroksida berfungsi untuk mendegradasi larutan MB.

5. Kesimpulan

Nanostruktur ZnO telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode sol gel dengan jenis pengkelat buah nanas yang memiliki kandungan kadar gula total yang berbeda antara nanas madu dan nanas batu. Pada nanostruktur ZnO yang menggunakan pengkelat nanas madu disintesis pada suhu kalsinasi 500, 600, 700, 800, dan 900 °C. Pada suhu kalsinasi 500 °C sampel masih berbentuk gel dan pada suhu kalsinasi 600 °C sampel telah berbentuk *powder* namun masih berwarna kehitaman. Sementara pada suhu kalsinasi 700 dan 800 °C, sampel berwarna putih kehijauan dan pada suhu kalsinasi 900 °C berwarna putih kekuningan. Oleh karena itu, sampel yang ditinjau lebih lanjut yaitu sampel pada suhu kalsinasi 700, 800, dan 900 °C dan menghasilkan nanostruktur sejumlah 3.006, 2.396, 3.668 gr secara berturut-turut. Selain itu nanostruktur ZnO yang menggunakan pengkelat nanas batu berhasil disintesis pada suhu kalsinasi 700 dan 800 °C dan menghasilkan nanostruktur sejumlah 3.062 dan 2.100 gr.

Hasil karakterisasi morfologi dengan SEM pada sampel menggunakan pengkelat nanas madu di suhu kalsinasi 800 °C diketahui bahwa ukuran partikel berada pada rentang 5.40 – 3.614 µm dengan rata-rata 1.858 µm, hasil yang masih besar diperkirakan terjadi karena adanya aglomerasi. Oleh karena itu dilakukan karakterisasi terhadap sifat kristal dengan menggunakan XRD pada sampel tersebut didapatkan ukuran kristalit dalam rentang 20.09 – 45.81 nm dengan rata-rata 35.10 nm. Sebagai pebanding dilakukan pula karakterisasi sifat kristal pada sampel menggunakan pengkelat nanas madu di suhu kalsinasi 700 °C, dan di dapatkan ukuran kristalit yang lebih kecil yaitu dalam rentang 17.59 - 45.54 nm dengan rata-rata 30.90 nm. Kedua sampel yang dikarakterisasi sifat kristalnya dengan menggunakan XRD memiliki struktur kristal *wurtzite* berbentuk heksagonal yang berukuran, $a = 3.25 \times 10^{-10}$ m dan $c = 5.21 \times 10^{-10}$ m.

Aplikasi sifat fotokatalitik nanostruktur ZnO diterapkan dalam mendegradasi larutan *methylene blue*. Degradasi paling optimum terjadi pada sampel dengan menggunakan nanas madu sebagai pengkelat dan pada suhu kalsinasi 700 °C. Dalam waktu penyinaran selama 240 menit tingkat degradasi yang terjadi yaitu sebesar 55.87% pada konsentrasi 10 ppm larutan MB. Dari pengaplikasian sifat fotokatalitik yang telah dilakukan dapat diketahui bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka semakin berkurang kemampuan nanostruktur ZnO dalam mendegradasi larutan MB.

Referensi

- [1] D. T. Arya dan D. G. Syarif, "Sintesis Nanopartikel Zirkonium Dioksida Dengan Metode Sol Gel Menggunakan Nanas Sebagai Pengkelat untuk Aplikasi Nanofluida Pendingin," vol. 8, pp. 25-32, 2016.
- [2] F. Magdalena, "Green Synthesis dan Studi Fotokatalitik Nanostruktur ZnO dengan Buah Nanas Sebagai Pengkelat," dalam Telkom University, Bandung, 2018.

